

**COMPTE-RENDU D'ESSAI**  
**CIRAD-FLHOR - COLEACP**



Centre  
de coopération  
internationale  
en recherche  
agronomique  
pour le  
développement

Département  
des Productions  
Fruitières  
et Horticoles  
CIRAD-FLHOR

**ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA TEMPERATURE  
DE SOUFRAGE SUR QUELQUES PARAMETRES  
AU COURS DE LA CONSERVATION DU LITCHI**

B.P. 180  
97455 ST-PIERRE CEDEX  
téléphone :  
38.90.00  
télécopie :  
38.81.13  
Télex :  
916 174 RE (U 11)

**F. NORMAND, J. MARCHAL, H. VANNIERE  
I. PAYET, P. CABEU**

**Janvier 1995**

EPIC-SIRET  
331 596 270 00180



## Sommaire

<b>1- But de l'expérimentation.</b>	3
<b>2- Déroulement de l'opération.</b>	3
<b>3- Méthodes d'échantillonnage et d'analyse.</b>	5
3.1- Les résidus en anhydride sulfureux.	5
3.2- La qualité visuelle.	6
3.3- Etude des paramètres E, A, E/A.	6
<b>4- Résultats.</b>	7
4.1- Enregistrements des températures.	7
4.2- Evolution des teneurs en résidus de SO <sub>2</sub> .	7
4.3- Evolution de la qualité visuelle.	8
4.4- Evolution de E, A, E/A.	9
<b>5- Discussion.</b>	9
5.1- Teneurs en SO <sub>2</sub> dans la pulpe.	10
5.2- Teneurs en SO <sub>2</sub> dans la coque - Recoloration des fruits.	10
5.3- Autres paramètres.	11
<b>Conclusion.</b>	12
<b>Bibliographie.</b>	12
<b>Annexes.</b>	13

## **Etude de l'influence de la température de soufrage sur quelques paramètres au cours de la conservation du litchi**

### **1- But de l'expérimentation.**

Cette étude, effectuée à la demande du COLEACP, a pour but de connaître l'influence de la température de soufrage des litchis sur leur conservation en chambre froide. La conservation simule une expédition par bateau d'une durée d'environ 1 mois.

Le protocole expérimental est rappelé en annexe. Les principales données de l'expérimentation sont résumées ci-dessous:

- |                         |    |   |
|-------------------------|----|---|
| - facteur expérimental: | 1: | - température de soufrage   |
| - traitements:          | 2: | - 15 °C   |
|                         |    | - température ambiante  |
| - répétitions:          | 2  | par traitement  |
| - paramètres étudiés:   |    | - teneurs en résidus de SO <sub>2</sub> dans la pulpe et la coque |
|                         |    | - coloration des fruits   |
|                         |    | - brunissement des fruits   |
|                         |    | - fermeté des fruits  |
|                         |    | - présence ou absence de développement fongique                   |
|                         |    | - extrait sec du jus (E)  |
|                         |    | - acidité du jus (A)  |
|                         |    | - rapport E/A   |

### **2- Déroulement de l'opération.**

Les litchis destinés à cet essai ont été récoltés le 14.12.94 dans la matinée sur un même verger à l'Entre-Deux. Les fruits ont été égrenés, triés, et placés dans des sacs en feuilles de vacoas tressées (ballots), recouverts de feuilles de litchi afin d'éviter la déshydratation. Les ballots ont été divisés en 2 lots. L'un a été placé à l'ombre à température ambiante, et l'autre dans une chambre froide à 15°C.

Les soufrages ont eu lieu le 15.12.94 au matin, dans 4 conteneurs miniatures réalisés en contre-plaqué comme défini dans le protocole. Les fruits ont été placés dans des caisses en plastique très ajourées. Chaque conteneur comportait 9 caisses, chacune remplie de 11.1 kg de litchis, soit 100 kg de fruits par conteneur.

Le soufre utilisé est du soufre-fleur, pur à 99%, qui a été préalablement tamisé et séché durant 24 heures dans un dessiccateur. La dose utilisée est de 600 g de soufre par tonne de fruit, soit 60 g par conteneur. Dans chaque conteneur, le soufre est placé dans 2 brûleurs plats, peu profonds (1 cm), réalisés en tôle. Le soufre est allumé en dehors des conteneurs avec un peu de papier journal. Les brûleurs sont placés dans les conteneurs, entre 2 piles de 3 caisses de fruits, lorsque le journal a fini de brûler afin d'éviter une surchauffe excessive.

Chaque conteneur est équipé d'un petit ventilateur, placé dans le haut et incliné vers le bas à 45°. Le ventilateur est mis en route 5 minutes après le début du soufrage, et jusqu'à la fin de l'opération.

Un enregistreur de température a été placé dans chaque conteneur durant le soufrage. Une mesure était enregistrée toutes les 30 secondes.

Le schéma d'un conteneur et de son aménagement interne est présenté sur la figure 1.

Après le début du soufrage, les fuites au niveau du couvercle ont été comblées avec du ruban adhésif.

Le temps de soufrage a été de 30 minutes.

L'ouverture des conteneurs a été suivie d'une ventilation de 10 minutes afin d'évacuer les vapeurs de SO<sub>2</sub>, puis les caisses de fruits des différents traitements ont été gardées à l'ombre à température ambiante (environ 27°C) pour aérer les fruits.

Les 100 kg de fruits correspondant à chaque répétition ont été mélangés, puis 10 à 12 cartons non ajourés de 5 kg net ont été remplis à partir de chaque mélange. Les cartons ont été mis dans 2 petites chambres froides de 0.51 m<sup>3</sup> réglées par un thermomètre extérieur à 2°C. Chaque chambre froide contient les cartons des 2 répétitions d'un même traitement. Un enregistreur de température a été placé au milieu de chaque chambre froide. Une mesure était enregistrée toutes les 36 minutes.

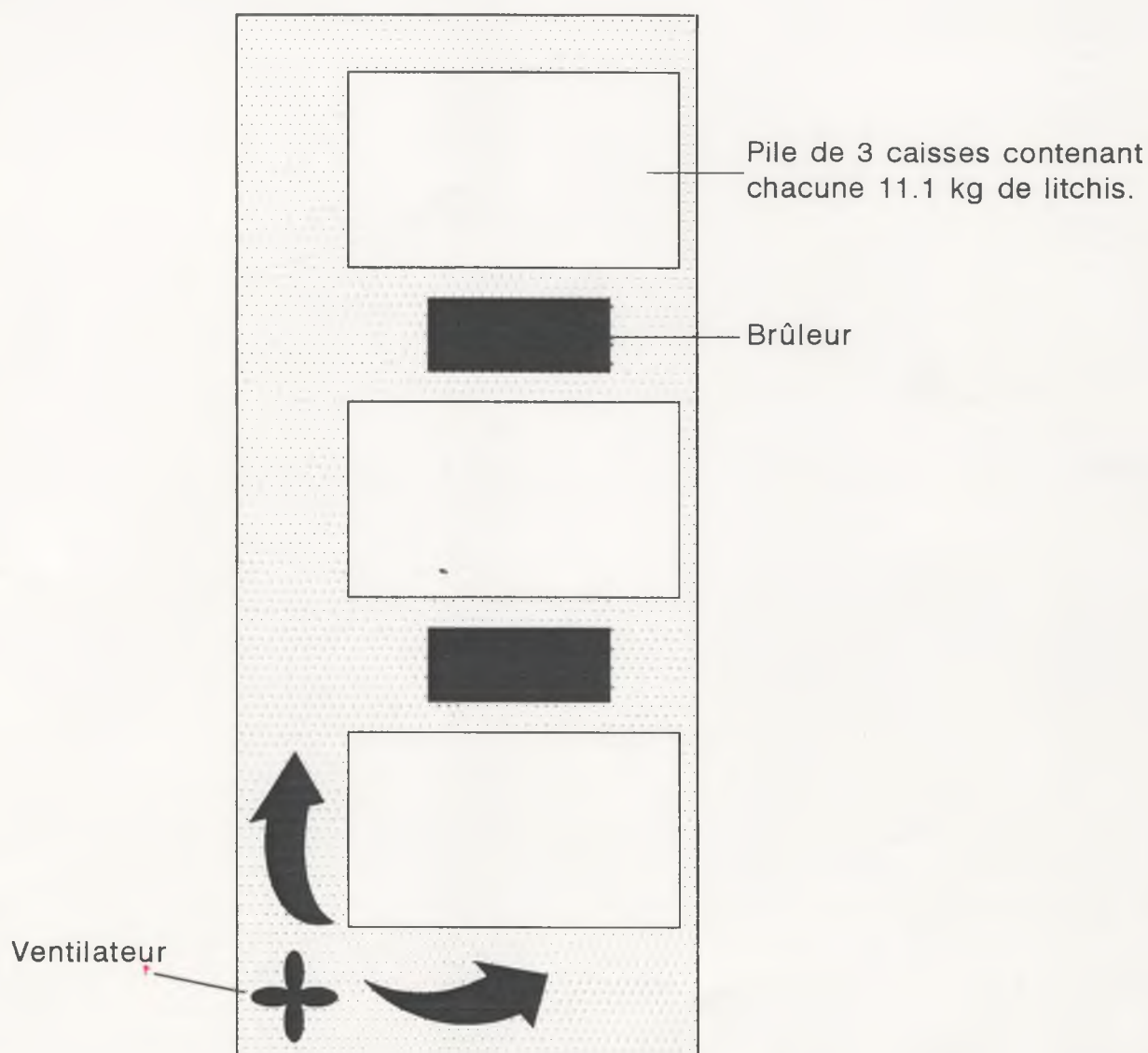
La durée de conservation a été de 32 jours.

Les chambres froides ont été ouvertes périodiquement pour les prises d'échantillon et les observations.

Les durées entre les différentes opérations pour chaque répétition sont résumées dans le tableau ci-dessous.

Lot	Heure de début de soufrage: T0	Heure de fin de soufrage: T1	durée du soufrage: T1-T0	Heure de mise en chambre froide: T2	Durée de l'aération: T2-T1	Nombre de cartons en chambre froide
15°C n°1	11h15	11h45	30'	14h05	2h20	50
15°C n°2	11h13	11h43	30'	13h16	1h33	60
TA n°1	11h09	11h39	30'	13h31	1h52	60
TA n°2	11h11	11h41	30'	13h48	2h07	50





Echelle: 1/12.5

*Figure 1:* Schéma d'un conteneur et de son aménagement interne.

### 3- Méthodes d'échantillonnage et d'analyse.

#### 3.1- Les résidus en anhydride sulfureux.

Les mesures de teneur en résidus d'anhydride sulfureux (SO<sub>2</sub>) ont été faites dans la coque et la pulpe des fruits par le Laboratoire de la Répression des Fraudes à St Denis. Les dates de prélèvement ont été les suivantes:

- 15.12.94: 1h après le soufrage
- 16.12.94: 23h après le soufrage
- 17.12.94: 48h après le soufrage
- 19.12.94: 4 jours après le soufrage
- 21.12.94: 6 jours après le soufrage
- 26.12.94: 11 jours après le soufrage
- 30.12.94: 15 jours après le soufrage
- 04.01.95: 20 jours après le soufrage
- 09.01.95: 25 jours après le soufrage
- 16.01.95: 32 jours après le soufrage

#### Echantillonnage:

Une heure après le soufrage, le premier échantillon a été prélevé en prenant 3 fruits par caisse, soit 27 fruits (3 fruits x 9 caisses), pour chaque répétition des traitements.

Les échantillons suivants ont été prélevés en prenant au hasard 5 cartons par répétition des traitements dans les chambres froides, et en prélevant 3 fruits par carton, soit 15 fruits par échantillon.

La coque et la pulpe des fruits de chaque échantillon ont été broyées séparément dans un appareil ménager de type bol-mixer. Ce dernier a été soigneusement lavé entre chaque broyage. Comme les analyses n'ont pu être faites le jour même des prélèvements (temps de transport, disponibilité du laboratoire), les échantillons ont été mis dans des sachets étanches, étiquetés et congelés à -18°C. Le transport des échantillons jusqu'au laboratoire s'est fait dans une glacière remplie de glace.

#### Analyse des résidus:

L'analyse a été faite suivant le protocole couramment utilisé par le Laboratoire de la Répression des Fraudes à la Réunion, protocole qui est rappelé en annexe. La prise d'échantillon pour l'analyse est de 25g pour la pulpe et de 5g pour la coque. Lorsqu'une valeur suspecte est obtenue, une seconde analyse est réalisée sur le même échantillon pour confirmation.

Les valeurs des teneurs en résidus en SO<sub>2</sub> dans la coque et la pulpe qui sont présentées sont les valeurs moyennes sur les 2 répétitions de chaque traitement

### 3.2- La qualité visuelle.

Elle a été appréciée lors des prélèvements des échantillons pour les analyses de résidus en SO<sub>2</sub>. Ont été notées aux différentes dates: la couleur des fruits, la fermeté de l'arille, la présence de brunissement et de moisissures.

A la fin de l'expérimentation, les fruits de chaque répétition des traitements ont été triés par classe de couleur:

- décolorés: fruits entièrement jaunes à jaunes-verdâtres
- fruits à demi recolorés: coloration hétérogène jaune-orange-rose
- fruits recolorés: coloration homogène du fruit, rose pâle à rose soutenu

Les pourcentages en poids de fruits dans chaque classe ont été calculés. Ils permettent de voir si le traitement a une influence sur la recoloration des fruits.

### 3.3- Etude des paramètres E, A et E/A.

Ces paramètres, dont l'étude n'avait pas été prévue à l'origine, ont été suivis de façon succincte par 3 mesures: la première a eu lieu avant le soufrage, pour caractériser le stade de maturité des fruits de l'essai. Une seconde mesure a eu lieu en milieu de conservation, et une dernière en fin de conservation.

#### Echantillonnage:

L'échantillon pour la première mesure a été constitué de 24 fruits pris au hasard dans les 400 kg de récolte (12 fruits dans chaque traitement). Ces 24 fruits ont été divisés en 4 lots de 6 fruits chacun, et l'extrait sec et l'acidité de chaque lot ont été mesurés.

Pour les mesures suivantes, 16 fruits ont été prélevés au hasard dans les cartons de chaque répétition et chaque traitement, soit 4 prélèvements de 16 fruits en tout. Chaque prélèvement a été divisé en 4 lots de 4 fruits chacun, et une mesure de E et A a été effectuée sur chaque lot.

#### Préparation des échantillons et mesures:

Pour chaque lot, la pulpe des fruits est placée dans un morceau de gaze doublée. La pulpe est écrasée manuellement et le jus est recueilli dans un bécher et bien mélangé.

L'extrait sec est obtenu à partir de quelques gouttes de jus par lecture au réfractomètre à correction automatique de température.

L'acidité est mesurée par titration de 10ml de jus par de la soude 0.1N (indicateur: phénolphaléine). La soude est préparée à partir d'une solution-mère commerciale. Le volume de soude versé indique directement l'acidité du jus en meq/100ml de jus.

E/A est obtenu en faisant le rapport des 2 valeurs.



La valeur de E ou A pour une répétition de traitement est la valeur moyenne des 4 lots, et la valeur de E ou A par traitement est la valeur moyenne des 2 répétitions. Il n'est pas fait de moyenne de E/A. Le rapport est calculé à partir des valeurs moyennes de E et A.

#### **4- Résultats.**

Tous les résultats (valeurs, moyennes, écarts-types) sont présentés dans des tableaux en annexe.

##### **4.1- Enregistrements des températures.**

Les graphiques 1 et 2 présentent les évolutions des températures dans les conteneurs au cours du soufrage, et dans les chambres froides durant la conservation.

Les températures étaient homogènes dans les 2 conteneurs de chaque traitement. La différence de température entre les 2 traitements est importante, de l'ordre de 11°C: 15°C pour le traitement au froid, et 26°C pour le traitement à température ambiante. Comme les fruits de chaque traitement avaient passé environ 15 heures à ces températures respectives avant les soufages, les températures internes des fruits doivent être les mêmes que celles des conteneurs.

Dans tous les conteneurs, on observe une augmentation de température de 1 à 1.2°C durant les 30 minutes du soufrage. Elle est probablement due à la quantité de chaleur dégagée par la combustion du soufre dans un volume relativement petit.

Les températures moyennes dans les chambres froides ont été légèrement différentes. Cette différence est due à l'imprécision du réglage à partir du thermomètre extérieur. Les fruits issus du traitement à température ambiante ont été conservés à 2°C en moyenne, alors que ceux traités à 15°C ont été conservés à 0°C en moyenne, avec des températures négatives de -0.2 à -0.5°C par moments. De plus, cette chambre froide a eu des problèmes de réglages durant les premières 48 h de conservation (lente descente en froid).

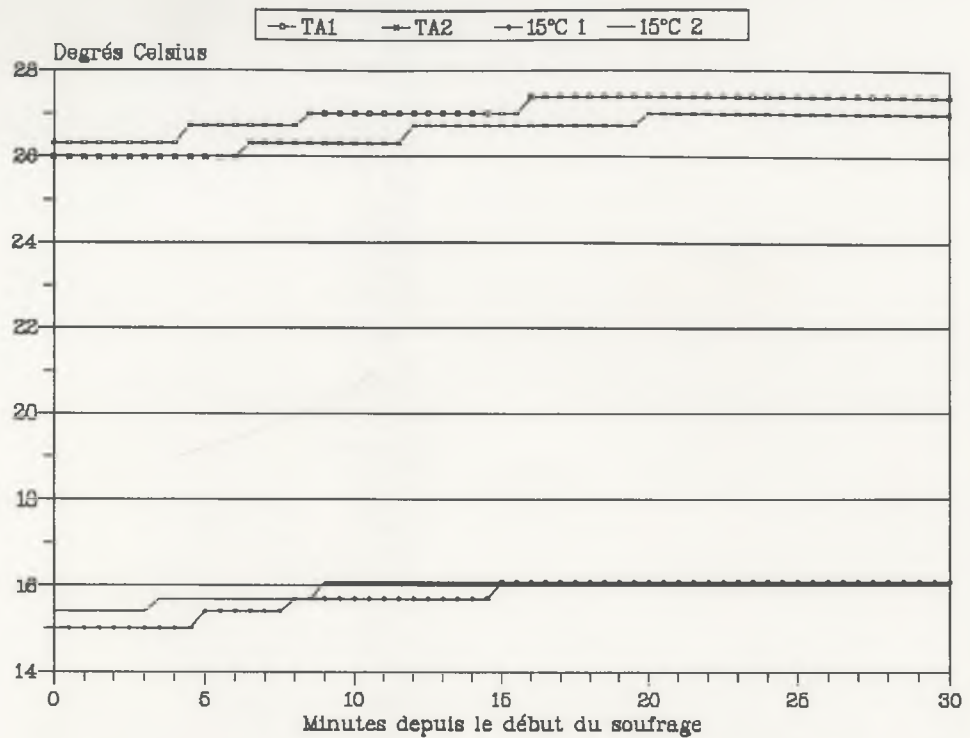
Les pics reflètent les augmentations temporaires de température consécutives à l'ouverture des portes durant la prise d'échantillons et l'observation de la qualité des fruits.

##### **4.2- Evolution des teneurs en résidus de SO<sub>2</sub>.**

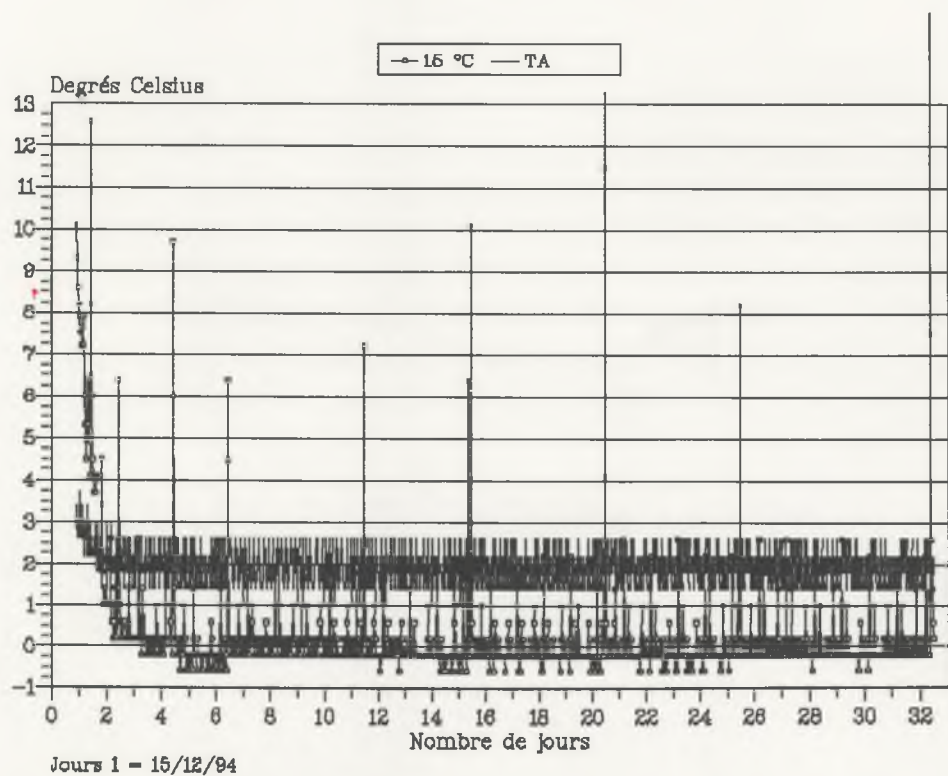
Les résultats sont présentés sur les graphiques 3 et 4. Les comptes-rendus d'analyse du laboratoire sont donnés en annexe.

Le soufrage a été d'intensité moyenne puisque une heure après le soufrage, les teneurs moyennes en résidus dans la pulpe étaient de 11 à 12.5 mg/kg. Ils chutent ensuite assez rapidement pour devenir nuls au 6<sup>ème</sup> jours, puis ils augmentent et fluctuent en moyenne entre 0 et 5 mg/kg. La décroissance observée est plus rapide dans les premiers jours pour les fruits ayant été traités à température ambiante, mais les valeurs ne sont pas significativement différentes (test de Newman-Keuls au seuil de 5%). Entre 2 et 15 jours après le soufrage, les teneurs en résidus de SO<sub>2</sub> sont du même ordre de grandeur entre les deux traitements, puis les teneurs moyennes dans les fruits soufrés à 15°C restent supérieures à celles des fruits soufrés à température ambiante. Les valeurs ne sont significativement différentes malgré des

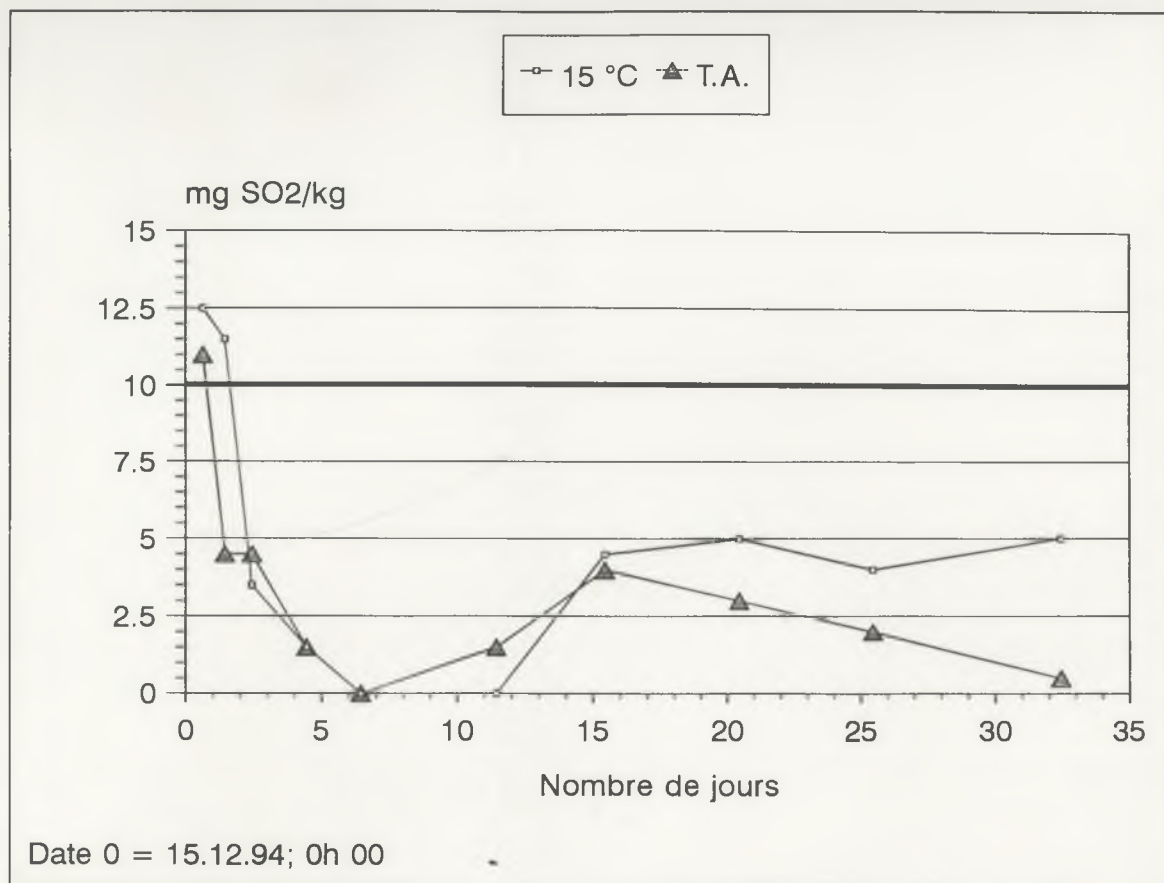




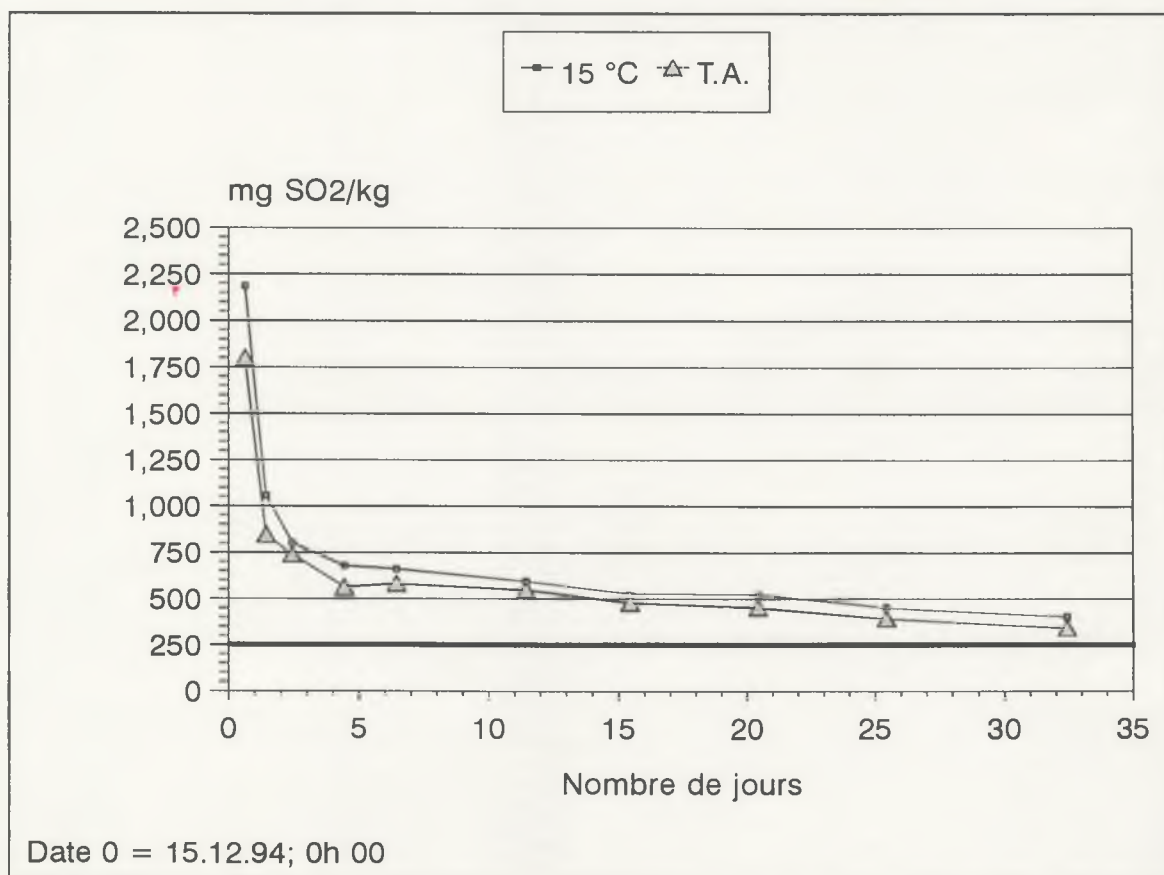
Graphique 1: Evolution des températures dans les conteneurs durant le soufrage.



Graphique 2: Evolution des températures dans les chambres froides durant la conservation.



Graphique 3: Evolution de la teneur en résidus de SO<sub>2</sub> dans la pulpe.



Graphique 4: Evolution de la teneur en résidus de SO<sub>2</sub> dans la coque.

écarts-types faibles (voir tableaux en annexe). Les valeurs moyennes restent bien en dessous des 10 mg/kg, mais une teneur de 10 mg/kg a été enregistrée sur un échantillon.

Pour les teneurs en résidus dans la coque, les valeurs initiales sont très élevées, 7 à 9 fois supérieures au seuil toléré de 250 mg/kg. Les courbes d'évolution ont le même profil quel que soit le traitement. On observe une décroissance rapide durant les 3 premiers jours, qui devient ensuite plus lente. Dans cette seconde période qui commence à partir du 4<sup>ème</sup> jour, la décroissance a une forme quasi-linéaire dont on peut calculer les équations de régression:

Pour  $T \geq 4$  jours:

Pour les fruits soufrés à 15°C:	$[SO_2]_{15^\circ C} = -9.914 T + 756.55$	$(r^2=0.99)$
Pour les soufrés à température ambiante:	$[SO_2]_{TA} = -8.719 T + 624.02$	$(r^2=0.97)$

Il apparaît que les teneurs moyennes en  $SO_2$  dans la coque des fruits qui ont été soufrés à 15°C sont toujours supérieures à celles des fruits ayant été soufrés à température ambiante. Les écarts-types sont parfois très faibles, et les valeurs moyennes obtenues 23h, 20 jours et 25 jours après le traitement sont significativement différentes (Test de Newman-Keuls au seuil de 5%). Durant toute la durée de la conservation, les teneurs sont restées supérieures au seuil de 250 mg/kg.

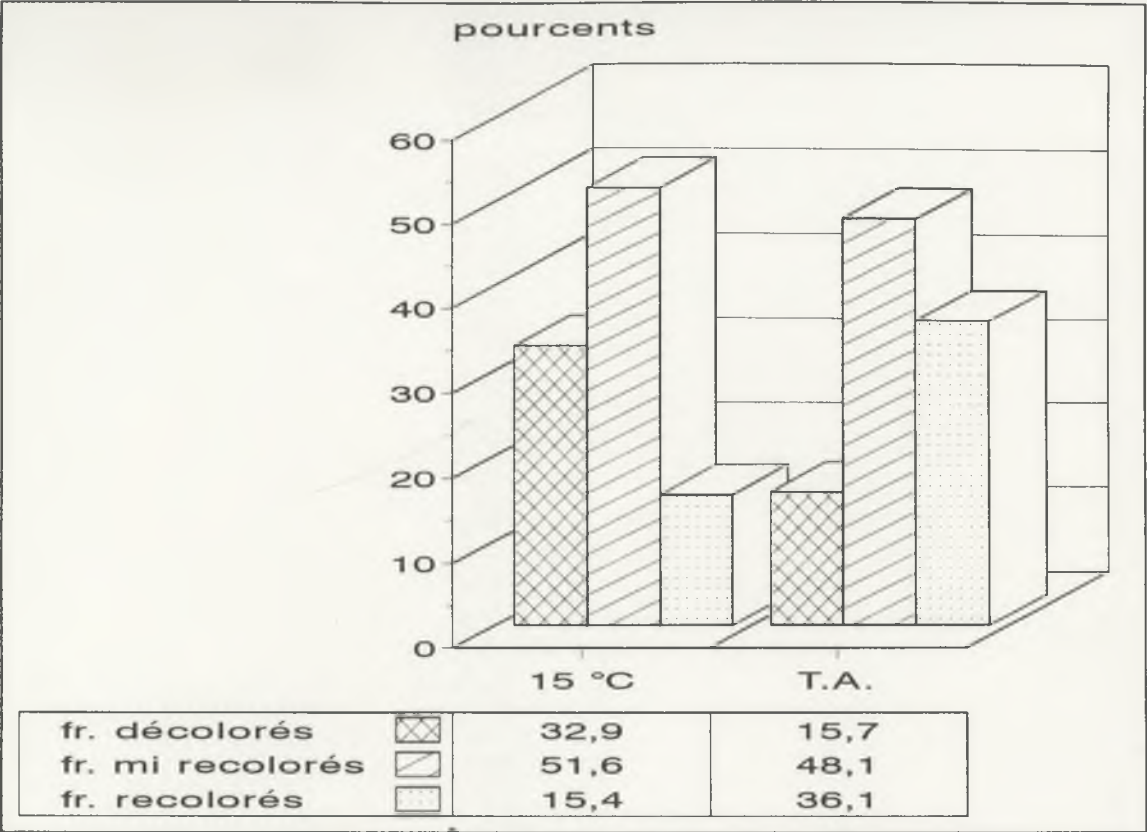
#### 4.3- Evolution de la qualité visuelle.

Les fruits ont été triés avant le soufrage, puis avant la mise en carton, en éliminant les fruits tachés ou fendus. Les défauts qui sont observés sont donc apparus durant la conservation.

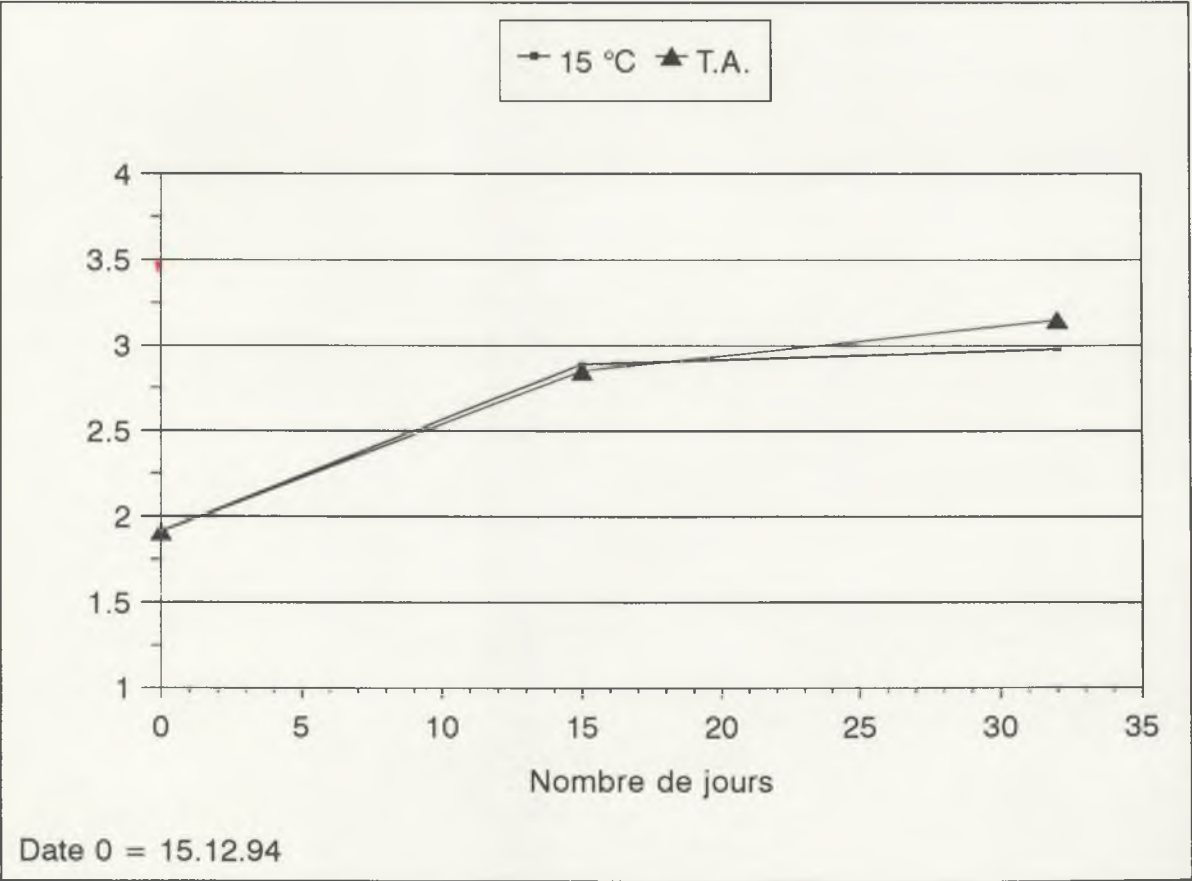
A la sortie du soufrage, les fruits traités à 15°C semblaient moins décolorés que ceux traités à température ambiante. La coloration était plus hétérogène, des taches rosées restaient visibles. Après une heure d'aération, la coloration de ces fruits s'était homogénéisée. Ils ont continué à se décolorer et avaient la même couleur que ceux traités à température ambiante: jaune-citron à jaune-verdâtre.

L'évolution de la coloration est la même pour les fruits des 2 répétitions de chaque traitement. Une légère différence apparaît cependant entre les traitements: les fruits soufrés à température ambiante se recolorent plus rapidement que ceux soufrés à 15°C. La recoloration devient visible dès le 4<sup>ème</sup> jours de conservation (19.12.94) pour les 2 traitements, mais elle est plus importante en intensité et en pourcentage pour les fruits soufrés à température ambiante. Cette constatation a été faite tout au long de l'essai, et est confirmée par la répartition des fruits selon leur classe de couleur à la fin de l'essai (graphique 5). Pour les lots soufrés à température ambiante, il y a 2 fois plus de fruits recolores que pour les lots soufrés à 15°C (valeurs moyennes de 36.1% et 15.4% respectivement). Cette différence est significative au seuil de 5% (test de Newman-Keuls). C'est l'inverse pour les fruits restés décolorés: valeurs moyennes de 15.7% et 32.9% respectivement. Pour les fruits à moitié recolores, les pourcentages sont du même ordre de grandeur pour les 2 traitements: valeurs moyennes de 48.1% et 51.6% respectivement. Ces résultats sont bien homogènes pour les 2 répétitions de chaque traitement.





Graphique 5: Pourcentages de fruits par classe de couleur à la fin de l'essai.



Graphique 6: Evolution de rapport E/A.



Des brunissements des aspérités des fruits sont apparus sur les litchis traités à température ambiante à partir du 15<sup>ème</sup> jours, alors que ces brunissements n'ont été repérés sur les fruits soufrés à 15°C qu'à la fin de l'essai. Ces brunissements restent cependant très peu nombreux et n'influent pas sur la qualité générale des lots.

Quel que soit le traitement,

- il n'y a pas eu de développement fongique. Quelques rares fruits ont exudé du jus.
- les fruits sont restés bien fermes durant toute la conservation au froid.

#### 4.4- Evolution de E, A et E/A.

Les valeurs initiales de ces paramètres sont les suivantes:

$$E = 17.2 \text{ }^{\circ}\text{B} \qquad A = 9 \text{ meq/100ml} \qquad E/A = 1.91$$

Des études précédemment menées à la Réunion ont montré que la maturité optimale pour la récolte du litchi est atteinte pour un E/A compris entre 2 et 2.2. Les fruits utilisés pour l'essai sont juste en dessous de ces valeurs, en particulier à cause de la valeur de l'acidité qui est encore élevée, alors que l'extrait sec a une valeur normale.

Les évolutions de E, A et E/A sont présentées sur les graphiques 6, 7 et 8.

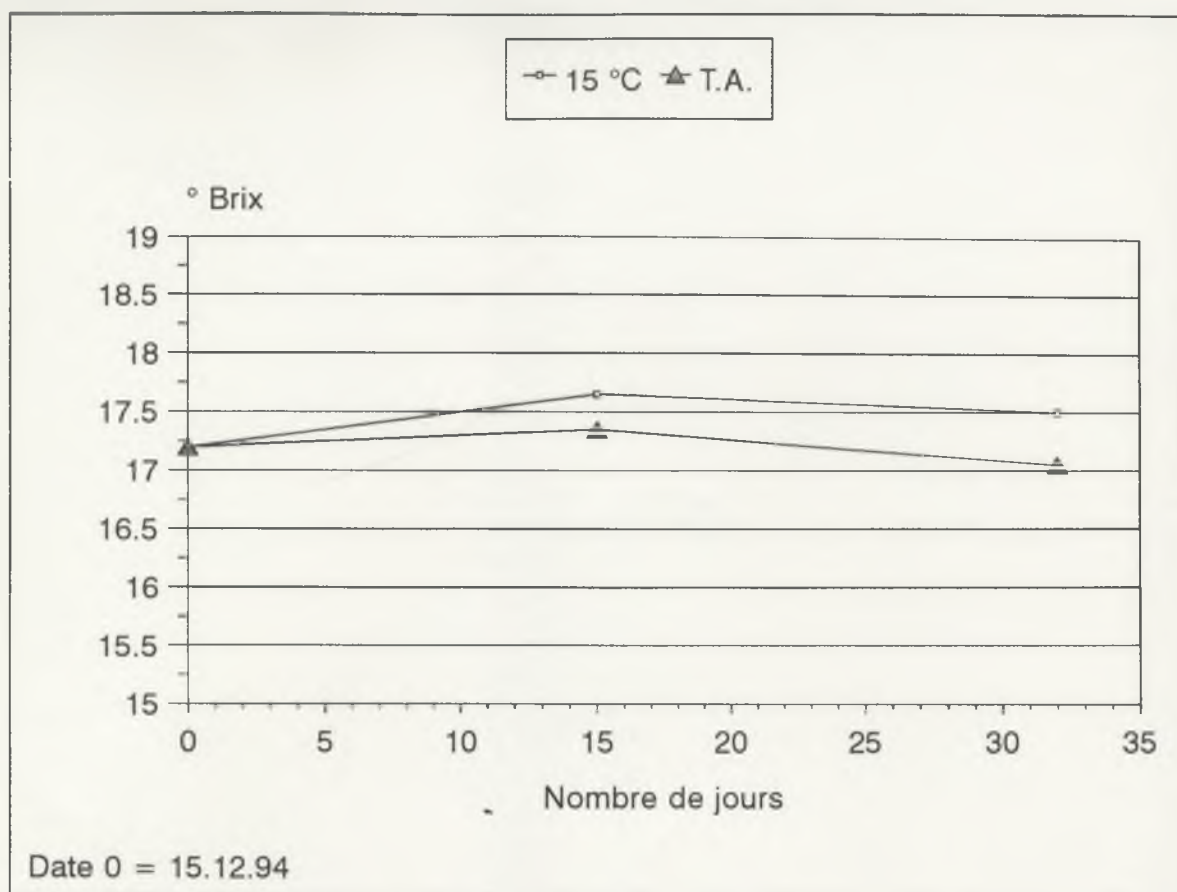
L'extrait sec évolue peu durant toute la conservation, les valeurs moyennes restent comprises entre 17.0 et 17.7. Les valeurs moyennes de l'extrait sec des fruits soufrés à 15°C sont supérieures à celles des fruits soufrés à température ambiante, mais les différences sont faibles et non significatives (Test de Newman-Keuls au seuil de 5%).

L'acidité décroît au cours de la conservation. Cette chute est rapide tant que les acidités restent élevées; puis elle se ralentit et les valeurs tendent à se stabiliser. Les valeurs moyennes entre les 2 traitements ne diffèrent qu'à la fin de l'essai, mais la différence n'est pas significative (Test de Newman-Keuls au seuil de 5%).

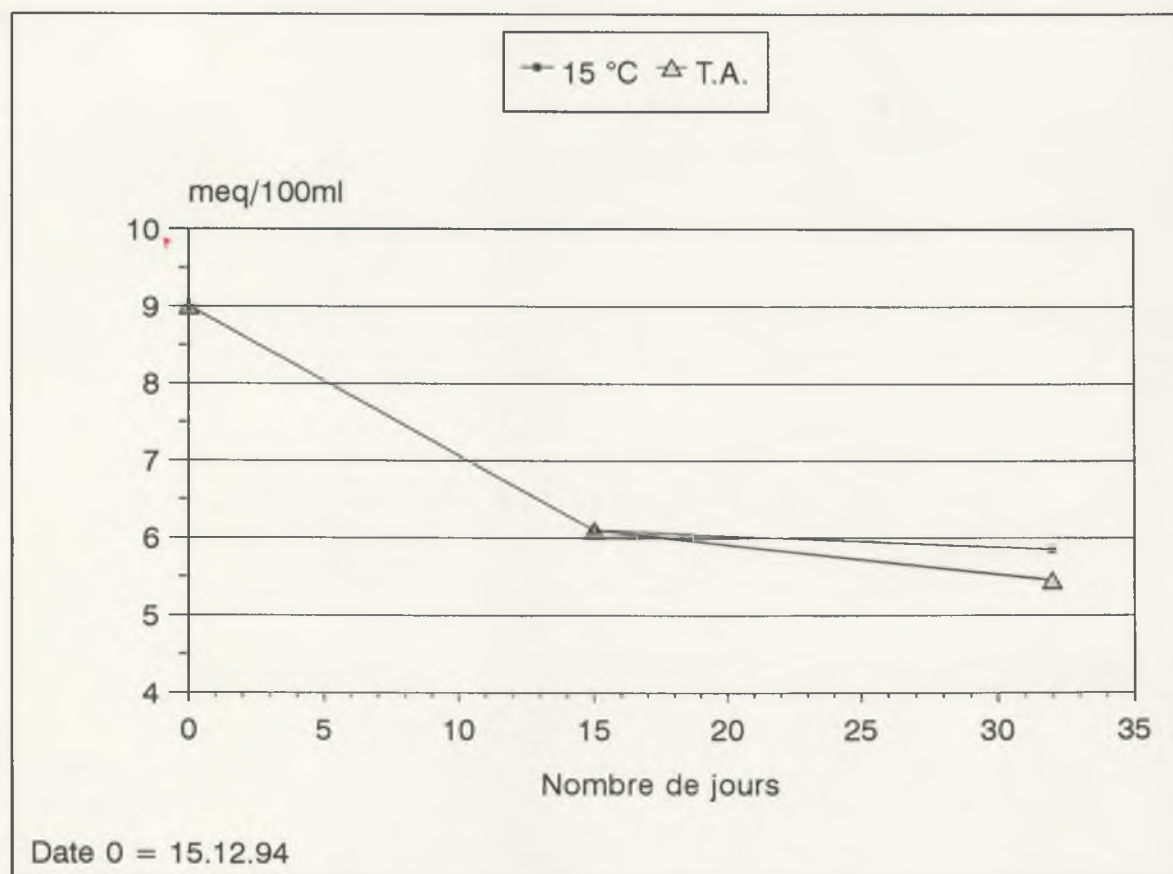
Le rapport E/A augmente au cours de la conservation, ce qui traduit un avancement dans la maturité du fruit définie par ce rapport. Cette augmentation est due en grande partie à la baisse de l'acidité puisque l'extrait sec évolue peu. Les valeurs moyennes sont du même ordre de grandeur.

#### 5- Discussion.

Les différences parfois importantes entre les valeurs mesurées pour chaque traitement (teneurs en résidus de SO<sub>2</sub> dans la coque et la pulpe en début de conservation, pourcentage de fruits décolorés ou recolorés à la fin de l'essai) ne sont pas souvent significativement différentes à cause de la faiblesse de l'essai due au nombre restreint de répétitions. Dans le cas de différences importantes mais non significatives, les résultats donnent une tendance.



Graphique 7: Evolution de l'extrait sec.



Graphique 8: Evolution de l'acidité.

### 5.1- Teneurs en SO<sub>2</sub> dans la pulpe.

Le profil des courbes d'évolution des teneurs en résidus de SO<sub>2</sub> dans la pulpe ressemble à ceux déjà obtenus à la Réunion dans des essais de ce type (Normand, 1989; Normand et Bouffin, 1992): les teneurs chutent rapidement dès la fin du soufrage, puis restent à des niveaux peu élevés. Le phénomène est expliqué par la diffusion du SO<sub>2</sub> de l'intérieur du fruit vers l'extérieur. Les fluctuations observées à partir du 6<sup>ème</sup> jour peuvent être dues au hasard de l'échantillonnage, ou à des phénomènes physiques ou physiologiques qui maintiennent une certaine concentration de SO<sub>2</sub> dans la pulpe, par gradient, à partir du réservoir que constitue la coque des fruits, tant que cette dernière reste avec des teneurs en SO<sub>2</sub> élevées. Le but de l'essai n'étant pas d'expliquer ces variations, on ne peut qu'émettre des hypothèses.

L'important est de retenir que les teneurs en résidus de SO<sub>2</sub> dans la pulpe chutent rapidement après le soufrage et se maintiennent ensuite à des niveaux tolérables, inférieurs à 10 mg/kg. La chute est plus rapide pour les fruits traités à température ambiante. Dans le cadre de l'essai, la température de soufrage n'a pas eu d'influence sur la conformité des lots par rapport à la législation en matière de résidus soufrés, que ce soit pour une expédition par avion (délai de 2 à 4 jours) ou par bateau (délai de 30 jours).

Les teneurs en SO<sub>2</sub> dans la pulpe ont été relativement faibles juste après le soufrage, ce qui a conduit à passer rapidement en dessous du seuil de 10mg/kg. Des teneurs plus élevées en fin de soufrage auraient permis de juger de leur vitesse de décroissance dans la pulpe et du temps nécessaire pour passer en dessous de 10mg/kg.

### 5.2- Teneurs en SO<sub>2</sub> dans la coque - Recoloration des fruits.

Les courbes d'évolution des teneurs en résidus de SO<sub>2</sub> dans la coque ont un profil hyperbolique auquel on pouvait s'attendre pour la même raison que précédemment. Par contre, les teneurs en résidus de SO<sub>2</sub> dans la coque des fruits soufrés à 15°C ont clairement tendance à être supérieures à celles de fruits soufrés à température ambiante. L'explication de ce phénomène n'est pas évidente à priori et demanderait des essais complémentaires spécifiques.

Cette observation entraîne au moins trois conséquences:

- La coque des fruits soufrés à 15°C constitue un réservoir de SO<sub>2</sub> plus important que celle des fruits soufrés à température ambiante, avec un effet potentiel sur la diffusion de SO<sub>2</sub> de la coque vers la pulpe par gradient comme cela a été évoqué précédemment.
- Les fruits soufrés à température ambiante se recolorent plus rapidement que ceux soufrés à 15°C, et cela constitue un atout commercial. Dans la coque, le SO<sub>2</sub> est en majeure partie lié aux pigments anthocyaniques dont il modifie la structure et les rend plus stables, mais incolores, d'où la décoloration des fruits en jaune. Les fruits se recolorent par départ du SO<sub>2</sub> des molécules d'anthocyanes. Celles-ci retrouvent leur structure et leur couleur rouge. Donc plus la teneur en SO<sub>2</sub> dans la coque est faible, plus le fruit sera (re)coloré. L'influence de la température de soufrage sur la teneur en résidus de SO<sub>2</sub> dans la coque conduit à penser que la recoloration des fruits soufrés à température ambiante se fera plus rapidement que celle des fruits soufrés à 15°C. Cette supposition a été vérifiée durant l'essai par la recoloration plus rapide et nettement plus importante des fruits soufrés à température ambiante. Mais la différence de teneur en SO<sub>2</sub> dans la coque ne permet certainement pas d'expliquer entièrement



les différences de recoloration.

- Les teneurs en SO<sub>2</sub> dans la coque des fruits soufrés à 15°C mettront plus de temps à passer en dessous du seuil de 250mg/kg. D'après les équations de régression présentées dans le chapitre précédent, le temps nécessaire pour atteindre 250mg/kg est de 42.9 jours pour les fruits soufrés à température ambiante, et de 51.1 jours pour ceux soufrés à 15°C, soit environ 8 jours d'écart en prenant pour hypothèse que la décroissance continue d'être linéaire après le terme de l'essai.

Ces durées sont de toute manière trop longues pour que les lots soient conformes à la législation, que ce soit en export avion ou bateau. Soit les teneurs sont trop élevées dès la fin du soufrage et/ou ne baissent pas assez rapidement, soit le seuil toléré de 250 mg/kg est trop faible. Nous avons vu précédemment, en se basant sur les teneurs en résidus de SO<sub>2</sub> dans les pulpes, que le soufrage avait été moyen, et qu'il n'y avait pas de problème de conformité des lots à ce niveau. Les chutes des teneurs en résidus dans la coque sont importantes au début, puis faibles ensuite. Or on sait que la température influe sur la vitesse de recoloration: des fruits soufrés conservés à température ambiante se recolorent très rapidement, ce qui sous-entend qu'ils perdent rapidement le SO<sub>2</sub> présent dans leur coque, avec pour conséquence une conservation plus aléatoire (brunissement, développements fongiques). Les basses températures de conservation ont tendance à freiner la diffusion du SO<sub>2</sub> de la coque vers l'extérieur. Mais ces basses températures sont nécessaires à une bonne conservation pour les expéditions par bateau, et dans ce cas, le seuil de 250 mg/kg peut sembler trop faible. Il serait intéressant de savoir comment il a été défini (résultats expérimentaux ou autres moyens) afin d'avoir une idée plus précise à ce sujet.

Cette situation où les teneurs résiduelles en SO<sub>2</sub> sont faibles dans la pulpe et élevées dans la coque peut cependant se révéler être favorable à une bonne conservation du fruit: le consommateur est protégé d'une trop forte consommation de SO<sub>2</sub>, et le lot est conforme à la législation pour la pulpe; et la teneur élevée dans la coque favorise la protection contre les moisissures et contre l'oxydation des anthocyanes, comme cela a été observé au cours de l'essai. Mais le seuil en résidus imposé pour la coque vient à l'encontre de cet avantage.

D'autre part, l'influence de la température de soufrage sur les teneurs en résidus dans la coque peut avoir des conséquences importantes lors d'opérations en grandeur réelle. En effet, le soufrage au froid, tel qu'il est actuellement pratiqué, ne permet pas d'avoir une température homogène dans tous les fruits d'un lot: descente en froid trop courte, faible puissance du matériel frigorifique. Après soufrage, les lots seront hétérogènes, pour les teneurs en résidus dans la coque au moins, à cause de l'hétérogénéité des températures des fruits lors du soufrage.

### **5.3- Autres paramètres.**

Pour les autres paramètres étudiés (E, A, E/A, fermeté, développement fongique), il n'y a pas de différence entre les traitements. Le développement de brunissement sur les aspérités semble plus rapide sur les fruits soufrés à température ambiante, mais leur nombre reste négligeable et ils n'influent pas sur la qualité globale des lots.

Il est à souligner que malgré le soufrage peu poussé, la qualité des fruits s'est maintenue pendant plus d'un mois au froid, et il n'y a pas eu de moisissures. Il resterait à connaître



l'évolution de ces fruits lors d'une simulation de mise en vente, avec des températures plus élevées. C'est en effet à ce niveau que les qualités visuelle, gustative et sanitaire des fruits risquent d'évoluer rapidement.

## CONCLUSION.

Il ressort de cet essai que la température de soufrage a une certaine influence sur la qualité des litchis en conservation au froid. La principale porte sur les teneurs en résidus de SO<sub>2</sub> dans la coque qui ont tendance à être et rester plus élevées dans les fruits soufrés à 15°C, et sur le pourcentage de fruits recolorés en fin de conservation, qui est plus faible pour les fruits soufrés à 15°C. La température de soufrage a peu d'influence sur les teneurs en résidus dans la pulpe. Ces dernières chutent plus rapidement dans les fruits soufrés à température ambiante. Dans les conditions de l'essai, les teneurs en SO<sub>2</sub> dans la pulpe baissent quel que soit le traitement et passent rapidement en dessous du seuil de 10 mg/kg.

**Ces résultats tendent à privilégier le soufrage des litchis à température ambiante.** En effet, il permet d'avoir des lots de fruits mieux colorés en fin de conservation, ce qui est un atout commercial, et les teneurs en SO<sub>2</sub> dans la coque sont plus faibles. Les teneurs sont cependant restées supérieures à 250 mg/kg quel que soit le traitement.

A côté des résultats de cet essai, il faudra considérer les aspects techniques et économiques des 2 méthodes de soufrage afin de tirer des conclusions globales sur chacune.

## Bibliographie:

**NORMAND F., 1989:** Encadrement de traitements post-récolte et opération d'exportation pilote de litchi. Rapport IRFA-SEMEX. Réunion. 16p + annexes.

**NORMAND F., BOUFFIN J., 1992:** Etude de la conservation de litchis soufrés et traités à l'acide chlorhydrique. Compte-rendu de l'essai LI-RE-BMA n°60. IRFA Réunion. 9p + annexes.

## ANNEXES

- Tableaux de résultats.
- Protocole expérimental.
- Protocole d'analyse de la teneur en résidus de SO<sub>2</sub> utilisé par le Laboratoire de la Répression des Fraudes à la Réunion.
- Comptes-rendus d'analyses du Laboratoire de la Répression des Fraudes.

## Tableaux de résultats

Par date ou par classe de couleur (dernier tableau), les chiffres suivis d'une même lettre ne sont pas significativement différents (test de Newman-Keuls au seuil de 5%).

**moy** = valeur moyenne de ech1 et ech2; **écart** = écart-type de ech1 et ech2

Dates	15 °C				Température ambiante			
	ech 1 mg/kg	ech 2 mg/kg	moy mg/kg	écart mg/kg	ech 1 mg/kg	ech 2 mg/kg	moy mg/kg	écart mg/kg
15.12.94	19	6	<b>12.5 a</b>	9.2	11	11	<b>11.0 a</b>	0
16.12.94	13	10	<b>11.5 a</b>	2.1	6	3	<b>4.5 a</b>	2.1
17.12.94	4	3	<b>3.5 a</b>	0.7	9	0	<b>4.5 a</b>	6.4
19.12.94	2	1	<b>1.5 a</b>	0.7	3	0	<b>1.5 a</b>	2.1
21.12.94	0	0	<b>0 a</b>	0	0	0	<b>0 a</b>	0
26.12.94	0	0	<b>0 a</b>	0	0	3	<b>1.5 a</b>	2.1
30.12.94	2	7	<b>4.5 a</b>	3.5	4	4	<b>4.0 a</b>	0
04.01.95	10	0	<b>5.0 a</b>	7.1	6	0	<b>3.0 a</b>	4.2
09.01.95	4	4	<b>4.0 a</b>	0	4	0	<b>2.0 a</b>	2.8
16.01.95	3	7	<b>5.0 a</b>	2.8	1	0	<b>0.5 a</b>	0.7

### Teneurs en résidus de SO<sub>2</sub> dans la pulpe.

Dates	15 °C				Température ambiante			
	ech 1 mg/kg	ech 2 mg/kg	moy mg/kg	écart mg/kg	ech 1 mg/kg	ech 2 mg/kg	moy mg/kg	écart mg/kg
15.12.94	2358	2011	<b>2185 a</b>	245.4	1828	1771	<b>1800 a</b>	40.3
16.12.94	1059	1053	<b>1056 a</b>	4.2	864	825	<b>845 b</b>	27.6
17.12.94	833	769	<b>801 a</b>	45.2	798	675	<b>737 a</b>	87.0
19.12.94	655	697	<b>676 a</b>	29.7	541	585	<b>563 a</b>	31.1
21.12.94	600	719	<b>660 a</b>	84.1	604	557	<b>581 a</b>	33.2
26.12.94	546	640	<b>593 a</b>	66.5	579	512	<b>546 a</b>	47.4
30.12.94	532	519	<b>526 a</b>	9.2	496	457	<b>477 a</b>	27.6
04.01.95	528	520	<b>524 a</b>	5.7	461	444	<b>453 b</b>	12.0
09.01.95	460	441	<b>451 a</b>	13.4	393	392	<b>393 b</b>	0.7
16.01.95	399	406	<b>403 a</b>	4.9	364	317	<b>341 a</b>	33.2

### Teneurs en résidus de SO<sub>2</sub> dans la coque.

Tableaux de résultats

Dates	15 °C				Température ambiante			
	ech 1 °Brix	ech 2 °Brix	moy °Brix	écart °Brix	ech 1 °Brix	ech 2 °Brix	moy °Brix	écart °Brix
15.12.94	17.2	17.2	<b>17.20 a</b>	0	17.2	17.2	<b>17.20 a</b>	0
30.12.94	17.8	17.5	<b>17.65 a</b>	0.21	17.1	17.6	<b>17.35 a</b>	0.35
16.01.95	18.0	17.0	<b>17.50 a</b>	0.71	17.1	17.0	<b>17.05 a</b>	0.07

Evolution de l'extrait sec du jus.

Dates	15 °C				Température ambiante			
	ech 1 meq%	ech 2 meq%	moy meq%	écart meq%	ech 1 meq%	ech 2 meq%	moy meq%	écart meq%
15.12.94	9.0	9.0	<b>9.00 a</b>	0	9.0	9.0	<b>9.00 a</b>	0
30.12.94	6.1	6.1	<b>6.10 a</b>	0	6.4	5.8	<b>6.10 a</b>	0.42
16.01.95	6.4	5.3	<b>5.85 a</b>	0.78	5.9	5.0	<b>5.45 a</b>	0.64

Evolution de l'acidité du jus.

Dates	15 °C			Température ambiante		
	ech 1	ech 2	moy	ech 1	ech 2	moy
15.12.94	1.91	19.1	<b>1.91</b>	1.91	1.91	<b>1.91</b>
30.12.94	2.92	2.87	<b>2.89</b>	2.67	3.03	<b>2.85</b>
16.01.95	2.81	3.20	<b>2.98</b>	2.90	3.40	<b>3.15</b>

Evolution du rapport E/A.

Classes de couleur	15 °C				Température ambiante			
	lot 1 %	lot 2 %	moy %	écart %	lot 1 %	lot 2 %	moy %	écart %
décolorés	27.4	38.5	<b>32.9 a</b>	7.8	13.2	18.3	<b>15.7 a</b>	3.6
½ recolorés	53.7	49.5	<b>51.6 a</b>	3.0	49.7	46.5	<b>48.1 a</b>	2.3
recolorés	18.9	12.0	<b>15.4 b</b>	4.9	37.1	35.2	<b>36.1 a</b>	1.3

Répartition en poids des fruits par classe de couleur à la fin de l'essai.



## ETUDE COMPAREE DES RESIDUS D'ANHYDRIDE SULFUREUX SELON TRAITEMENT POST-RECOLTE DES LITCHIS PAR FUMIGATION "A FROID" OU "A CHAUD"

### OBJET DE L'ETUDE

Comparer les résidus d'anhydride sulfureux obtenus selon deux méthodes de traitement post-récolte des litchis: par fumigation "à froid" et par fumigation "à chaud".

Le but est d'obtenir des fruits satisfaisant aux dispositions réglementaires applicables en France, fixant pour les litchis la teneur maximale en résidus d'anhydride sulfureux à:

- 10 mg/kg teneur résiduelle exprimée en  $SO_2$  dans la pulpe,
- 250 mg/kg dans la coque.

L'étude devra répondre aux questions suivantes: Le traitement par brûlage de soufre sur des fruits à température ambiante ou sur des fruits préalablement réfrigérés donne-t-il des teneurs résiduelles en  $SO_2$  différentes? La réfrigération des fruits est-elle indispensable pour l'obtention de teneurs résiduelles inférieures aux tolérances réglementaires applicables en France?

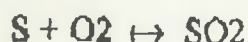
### PRINCIPES DE L'EXPERIMENTATION

Les fruits doivent être à maturité optimum, de bonne qualité. Le traitement sera pratiqué le plus rapidement possible, 10 à 12 heures après la récolte, jamais au-delà de 24 heures, sinon les fruits séchent et l'efficacité du traitement est réduite.

Des litchis seront traités:

1. à température ambiante par brûlage de soufre,
2. après réfrigération des fruits à 15°C par brûlage de soufre.

Les quantités de S appliqué seront identiques pour ces traitements.  
Par brûlage en présence d'oxygène, le soufre forme du SO<sub>2</sub>:



Il semble qu'à la Réunion le soufrage des litchis n'est plus pratiqué. Il est donc difficile sinon impossible de disposer de conteneurs de soufrage en bon état et il serait nécessaire de traiter de grosses quantités de fruits afin de se rapprocher des conditions commerciales réelles. En conséquence, il est proposé de réaliser l'expérimentation sur des conteneurs miniaturisés permettant de traiter 100 kg de fruits.

La durée de traitement sera identique pour chaque formule comparée. Les fruits seront ensuite stockés à une température identique voisine de 1 à 2°C. Des prélèvements d'échantillons représentatifs des lots seront réalisés 24 h, 48 h et 4, 5, 10, 15, 20, 30 jours après les traitements afin de mesurer l'évolution des concentrations de SO<sub>2</sub> dans la pulpe et la coque durant la période d'un transfert en avion (4 à 5 jours après le traitement) ou en bateau (20 - 30 jours) vers les marchés européens.

## REALISATION

### I - Matériel nécessaire :

#### 1.1. Conteneurs miniatures

4 conteneurs miniatures seront fabriqués afin de pouvoir réaliser l'essai à 2 dates différentes et avoir ainsi 4 répétitions des traitements.

Les réaliser en contreplaqué ; la partie supérieure sera munie de charnières et d'un système de verrouillage ; pour les rendre étanches on pourra border le couvercle d'un joint de caoutchouc. A l'intérieur, on placera un petit ventilateur pour assurer une bonne distribution du SO<sub>2</sub>.

### Taille des conteneurs :

Par rapport à un conteneur de 20 pieds permettant de traiter 3 tonnes de litchis, on peut proposer les cotes suivantes :

longueur	:	2 mètres
largeur	:	0,83 mètre
hauteur	:	0,76 mètre

Les fruits seront placés dans le conteneur, de façon identique d'un traitement à l'autre, dans des clayettes.

Pour le brûlage du soufre, fabriquer une auge métallique de 5 à 6 cm de large et 1,5 m de long. Le fond de l'auge est totalement tapissé de papier (journal) froissé et le soufre est réparti de façon homogène sur toute la surface. On obtient ainsi une combustion totale et rapide du soufre.

1.2. - Enceinte permettant la réfrigération à 15°C des fruits avant le traitement : chambre froide ou enceinte réfrigérée ; tous les fruits nécessaires doivent être placés dans celle-ci au même moment ou durant le même temps, si les traitements ne sont pas réalisés en même temps. La température doit être homogène et on doit vérifier celle-ci au cœur des fruits. Cette température doit être atteinte rapidement : 24 h au maximum.

La taille de cette enceinte doit être suffisante pour placer, dans toute la mesure du possible, un ou même 2 conteneurs, c'est-à-dire ceux qui seront employés pour le traitement à froid.

1.3. Enceinte de stockage des fruits après traitement: elle doit permettre d'obtenir une température de 1 à 2° C, avec si possible une ventilation. On doit envisager une durée de stockage équivalente à celle du temps de traitement et du transport par bateau vers la métropole (30 jours au total).

1.4. Les fruits doivent être constitués en lots homogènes, comparables par leur origine et leur maturité.

Après traitement, les fruits identifiés sont placés dans des cartons de 2 ou 4 kg et mis en chambre froide. Des échantillonnages seront réalisés pour l'analyse de SO<sub>2</sub> aux périodes précisées dans le paragraphe "principes de l'expérimentation". Les échantillons seront constitués de façon à représenter leurs différents emplacements dans le conteneur.



## **II - Pratique des traitements**

II.1 - Placer dans l'enceinte réfrigérée à 15°C le ou les conteneurs qui seront utilisés pour le traitement au froid, 48 heures avant le traitement.

II.2 - Mesurer exactement le poids des fruits, triés, introduits dans chaque conteneur et calculer le poids exact de soufre nécessaire en prenant pour base la dose de 600 g de soufre par tonne de fruits.

II.3 - Placer les fruits dans les clayettes.

II.4 - Placer les clayettes dans l'enceinte réfrigérée à 15°C pour les traitements au froid (24 heures au maximum).

II.5 - Ranger, de façon semblable, les clayettes dans le conteneur de traitement après ou non refroidissement en fonction du traitement.

**Remarque** : le soufrage sur un même lot de fruits sera donc réalisé avec un décalage de 24 heures pour le traitement "fruits réfrigérés à 15°C".

II.6 - Introduire l'auge garnie de soufre, enflammer le papier à différents points ; fermer hermétiquement le conteneur, mettre en route (en permanence) le ventilateur et noter exactement l'heure de début.

II.7 - Ouvrir rapidement le conteneur quand le temps de traitement de 30 minutes est exactement atteint.

II.8 - Sortir aussitôt les clayettes, arrêter le ventilateur.

II.9 - Laisser une heure les fruits à l'air libre (à température ambiante ou dans l'enceinte réfrigérée à 15°C selon le traitement) puis les placer en cartons dans la chambre froide à 1° à 2° C.

II.10 - Réaliser les échantillonnages pour analyses aux dates fixées (24 h, 48 h, 4, 5, 10, 15, 20, 25 et 30 jours) et observer et décrire les fruits (couleur homogène ou non, jaune, verdâtre, rose... présence de tâches marrons, condensation, brûlures...).

Les analyses seront réalisées à l'île de La Réunion par le laboratoire de la Répression des Fraudes.



**Attention:**

- puisque la concentration évolue relativement rapidement les premiers jours,
- puisqu'il est probable que les analyses ne pourront pas toutes être réalisées le jour même du prélèvement.

**Il faut impérativement :**

- 1) que les fruits pour analyse soient transportés et conservés à 1 ou 2°C jusqu'au moment de leur analyse,
- 2) connaître la date exacte d'analyse de chaque échantillon, pour reporter les points sur les courbes d'évolution.

Dosage de l'acide sulfureux dans les denrées alimentaires

(Proposition du Dr. P.L. Schuller, Rijks Instituut voor de  
Volksgezondheid, déc. 1969)

1. Objet et domaine d'application

La présente recommandation décrit une méthode de référence pour la détermination de la teneur en acide sulfureux de denrées alimentaires.

2. Définition

Selon cette recommandation, la teneur en acide sulfureux de denrées alimentaires, déterminée selon la méthode décrite ci-après, est exprimée en milligrammes d'anhydride sulfureux par kg ou par litre de matière.

3. Principe

L'échantillon à examiner est soumis à l'ébullition sous atmosphère d'azote et en présence d'acide phosphorique et de méthanol dans un ballon à distiller avec réfrigérant à reflux. L'anhydride sulfureux expulsé est oxydé en acide sulfurique dans une solution neutre d'eau oxygénée. L'acide est titré par une solution étalon de soude caustique. La teneur en anhydride sulfureux est calculée en tenant compte de la quantité de soude caustique utilisée.

4. Réactifs et substances auxiliaires

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyse.

4.1 Méthanol

4.2 Acide phosphorique, 30 à 90 p.cent

4.3 Solution à 0,2 p.cent d'eau oxygénée: diluer 0,7 ml d'une solution *Probable*  
à 30 p.cent d'eau oxygénée à 100 ml avec de l'eau distillée. Préparer *Electro*  
à nouveau chaque jour. *Préparé*

~~4.4 Biphthalate de potassium, séché à 110° C~~

4.5 Solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N

X 4.6 Solution étalon d'hydroxyde de sodium 0,01 N :

Diluer 25 ml de solution étalon d'hydroxyde de sodium 0,1 N à 250 ml dans un ballon jaugé avec de l'eau distillée fraîchement bouillie.

Vérification du litre par dosage avec de l'acide sulfurique 0,1 N

En flacon bouché cette solution diluée se conserve une semaine. Pour déterminer le titre de la solution diluée d'hydroxyde de sodium, dissoudre dans un flacon conique de 200 ml 50 mg de biphthalate de potassium sec, pesé à 0,1 mg près, dans 50 ml d'eau distillée et chauffer à ébullition. Titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium en présence de phénolphthaléine comme indicateur.

Calcul :

$$N = \frac{g}{204,23 \times a}$$

où :

g = quantité pesée de biphthalate de potassium en mg,

a = volume de solution d'hydroxyde de sodium en ml, nécessaire à la titration.

(4.7) Indicateur mixte : mélanger 50 ml de solution alcoolique à 0,03 p.cent (30mg/100ml EtO absolu) de rouge de méthyle à 50 ml de solution alcoolique à 0,05 p.cent de bleu de méthylène et filtrer. (A conserver)

4.8 Azote : en cylindre, chimiquement pur

4.9 Solution à 0,10 p.cent d'acide ascorbique : peser 100 mg d'acide ascorbique dans un flacon conique et dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.

## 5. Appareillage et verrerie

5.1 Appareil spécial à distiller (fig. 1)

5.2 Flacon laveur

5.3 Balance analytique

5.4 Pipettes calibrées de 1 à 10 ml

5.5 Burette de 20 ou 50 ml, de préférence à aspiration

5.6 Eprouvettes graduées de 10, 25 et 50 ml

5.7 Homogénéisateur

## 6. Prélèvement des échantillons

Peser, selon la teneur présumée en anhydride sulfureux, une quantité d'échantillon correspondant aux données du tableau 1.

.../...



Tableau 1

Quantité en g d'échantillon à peser

Teneur en ppm de $\text{SO}_2$	Poids de l'échantillon	ml d'eau à ajouter
$< 10$	40 - 50 (x)	20 (x)
10 - 100	20 - 25	30
$> 100$	5 - 10	40

(x) Pour les échantillons de sucre à très faible teneur en  $\text{SO}_2$ , peser 40 g et ajouter 60 ml d'eau.

Pour les échantillons de vin, pipeter 25 ou 50 ml. Ajouter 25 ml d'eau si l'échantillon prélevé est de 25 ml.

#### 7. Traitement préalable de l'échantillon

Broyer les légumes secs dans l'homogénéisateur, s'ils sont granuleux ou en morceaux. Broyer les fruits méridionaux jusqu'à obtention d'une masse homogène (homogénéisateur). Pour les abricots secs moulus, introduire 5 g d'échantillon dans un mortier de 10 cm de diamètre. Triturer avec 45 ml de solution d'acide ascorbique jusqu'à obtention d'une masse ayant la consistance d'une confiture. Transvaser dans le ballon à distiller, rincer le mortier avec 50 ml de méthanol (Rf)

#### 8. Mode opératoire

8.1 Peser ou introduire à la pipette dans le ballon à distiller une quantité d'échantillon selon les données mentionnées au point 6. Ajouter de l'eau (v. points 6 et 7) et 50 ml de méthanol (Rf) pour les échantillons de sucre, ajouter 60 ml de méthanol). Mélanger le contenu du ballon de sorte que le chauffage ne puisse entraîner aucun risque de brûlure.

8.2 Introduire dans le récepteur 10 ml de solution à 0,2 p.cent d'eau oxygénée, 60 ml d'eau distillée et quelques gouttes de l'indicateur mixte. Faire virer la couleur au vert à l'aide de quelques gouttes de solution d'hydroxyde de sodium 0,01 N. Boucher le récepteur. Introduire

.../...

dans le flacon laveur connecté au récepteur une quantité appropriée de solution à 0,2 p.cent d'eau oxygénée également neutralisée.

- 8.3 Raccorder à la source d'azote et laisser passer durant 10 minutes et par l'intermédiaire d'un flacon laveur contenant de la soude caustique 0,1 N un courant d'azote dans l'appareil à un débit tel qu'on puisse encore compter les bulles.

Ce débit doit être maintenu jusqu'à la fin de la distillation. Brancher en même temps l'eau froide.

- 8.4 Introduire 15 ml d'acide phosphorique dans l'entonnoir de l'appareil à distiller. Ouvrir le bouchon du récepteur <sup>R2</sup> et laisser couler l'acide phosphorique dans le ballon. Fermer le récepteur à l'aide du bouchon.

- 8.5 Amener rapidement le contenu du ballon à ébullition à l'aide d'une flamme de gaz et laisser bouillir doucement. La durée totale de la distillation, y compris le temps de réchauffement, doit être de 30 minutes exactement.

- 8.6 Ouvrir le récepteur de l'appareil à distiller et rincer le tube d'arrivée avec de l'eau distillée.

- 8.7 Titrer l'acide sulfurique formé avec la solution d'hydroxyde de sodium 0,01 N jusqu'à virage de l'indicateur au vert.

## 9. Calcul

Calculer la teneur en anhydride sulfureux de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kg (ppm) ou en milligrammes par litre, à l'aide de la formule ci-après :

$$\frac{a \times N \times 32}{m(v)} \times 1000$$

dans laquelle :

a = volume consommé de solution d'hydroxyde de sodium,

N = titre de la solution d'hydroxyde de sodium

m = poids de l'échantillon en grammes

v = volume de l'échantillon en ml



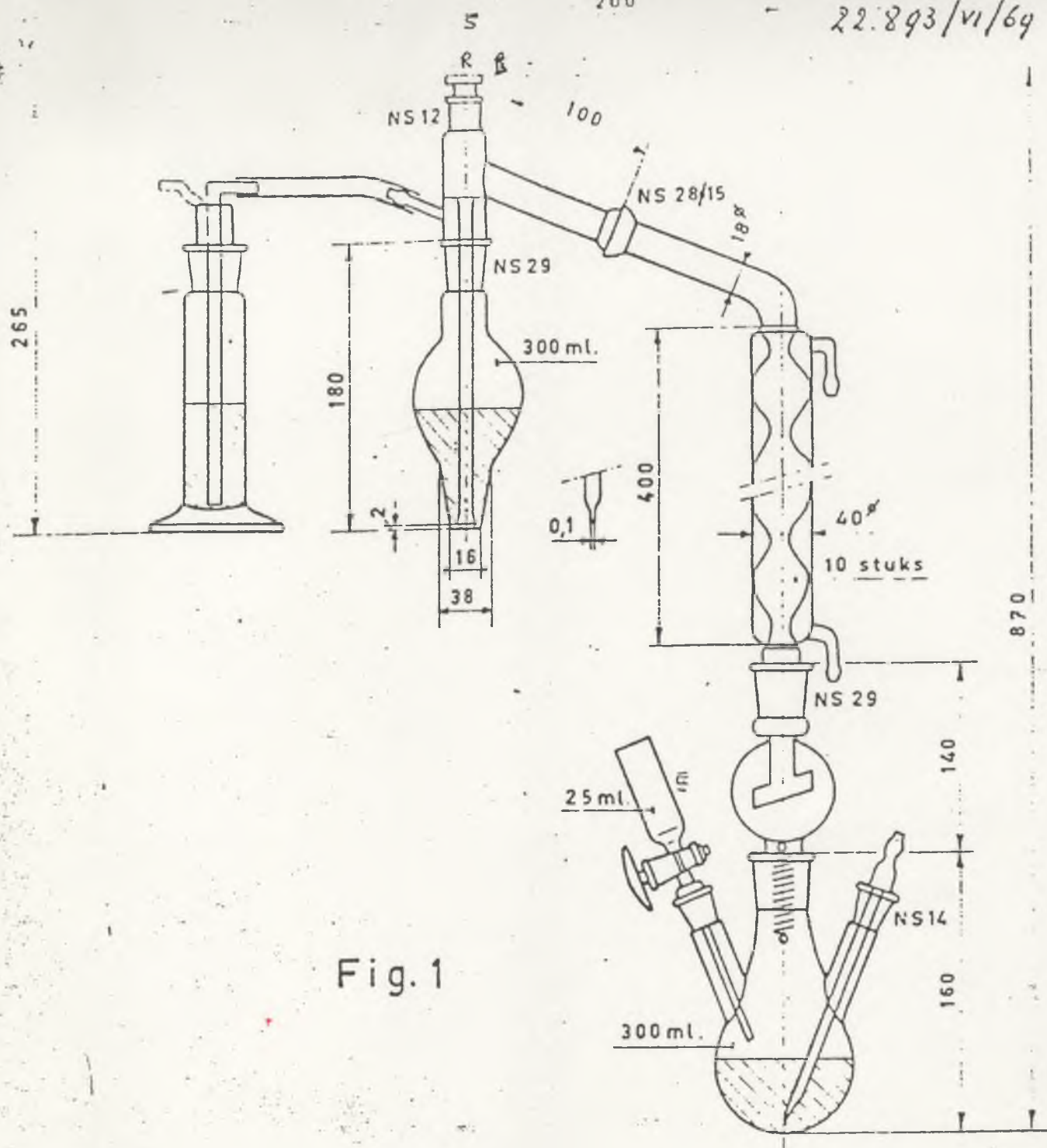


Fig. 1



